

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **08054358 A**

(43) Date of publication of application: 27 . 02 . 96

(51) Int. Cl

G01N 23/207

(21) Application number: **06189637**

(22) Date of filing: 11 . 08 . 94

(71) Applicant: **RIGAKU CORP**

(72) Inventor: **AKUTSU OSAMU**

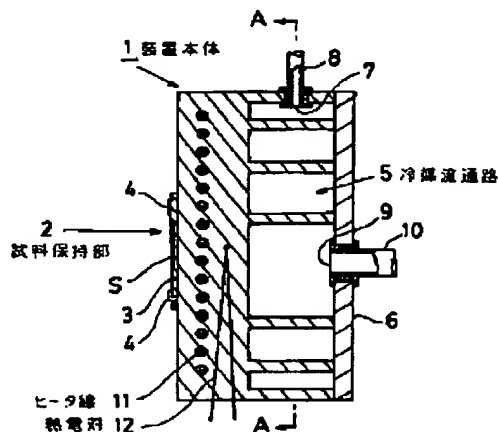
(54) **SAMPLE HEATING/COOLING DEVICE FOR X-RAY DIFFRACTIOMETRY**

(57) Abstract:

PURPOSE: To efficiently and uniformly heat or cool a sample at the time of subjecting the sample to X-ray diffractometry.

CONSTITUTION: The sample heating/cooling device is provided with a device main body 1 composed of a single member having a heat resistance and high coefficient of thermal conductivity, a sample holding section 2 which is provided on one end face of the main body 1 in the axial direction, a coolant flowing passage 5 formed in the main body 1 in an elongated state, a heater wire 11 which is buried in the main body 1 at a part between the holding section 2 and passage 2 as a heating means, and a thermocouple 12 provided in the main body 1 near the holding section 2 as a temperature detecting means.

COPYRIGHT: (C)1996,JPO



BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-54358

(43) 公開日 平成8年(1996)2月27日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

G 0 1 N 23/207

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平6-189637

(22) 出願日 平成6年(1994)8月11日

(71) 出願人 000250339

理学電機株式会社

東京都昭島市松原町3丁目9番12号

(72) 発明者 阿久津 修

東京都昭島市松原町3-9-12 理学電機
株式会社拝島工場内

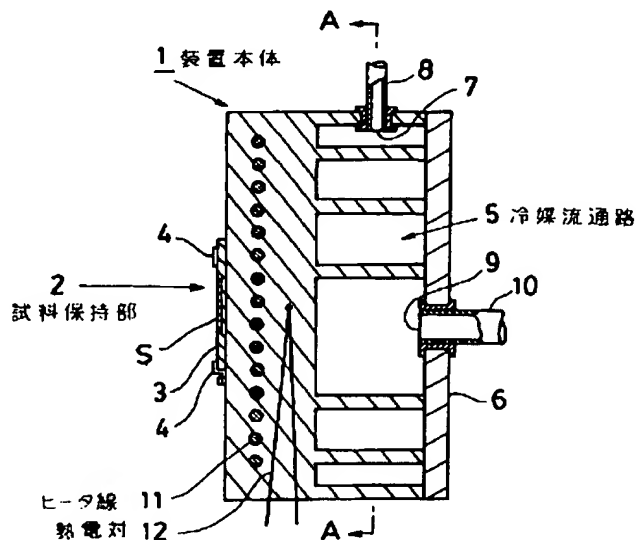
(74) 代理人 弁理士 山本 寿武

(54) 【発明の名称】 X線回折測定のための試料加熱・冷却装置

(57) 【要約】

【目的】 X線回折測定に際して、効率よくしかも均一に試料を加熱または冷却できるようにする。

【構成】 耐熱性を有しかつ熱伝導率の高い単一部材からなる装置本体1と、この装置本体1の軸方向一端面に設けた試料保持部2と、装置本体1の内部で長尺に延在して形成した冷媒流通路5と、装置本体1の内部で試料保持部2と冷媒流通路5とに挟まれた部位に埋設した加熱手段としてのヒータ線11と、装置本体1の内部で試料保持部2の近傍位置に設けた温度検出手段としての熱電対12とを備えたことを特徴とする。



1

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 耐熱性を有しかつ熱伝導率の高い単一部材からなる装置本体と、この装置本体の軸方向一端面に設けた試料保持部と、前記装置本体の内部で長尺に延在して形成した冷媒流通路と、前記装置本体の内部で前記試料保持部と前記冷媒流通路とに挟まれた部位に埋設した加熱手段と、前記装置本体の内部で前記試料保持部の近傍位置に設けた温度検出手段とを備えたことを特徴とする X 線回折測定のための試料加熱・冷却装置。

【請求項 2】 請求項 1 記載の X 線回折測定のための試料加熱・冷却装置において、前記装置本体を横断面円形に形成するとともに、前記加熱手段をヒータ線によって形成し装置本体の外周近傍から中心部にかけて螺旋状に埋設するとともに、前記冷媒流通路も装置本体の外周近傍から中心部にかけて螺旋状に形成したことを特徴とする X 線回折測定のための試料加熱・冷却装置。

【請求項 3】 請求項 1 または 2 のいずれか一項記載の X 線回折測定のための試料加熱・冷却装置において、前記冷媒流通路は、冷媒供給口近くに比べ少なくとも冷媒排出口近くの断面積を広く形成してあることを特徴とした X 線回折測定のための試料加熱・冷却装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 この発明は、X 線回折装置の試料台に装着して試料を任意の温度に調節する X 線回折測定のための試料加熱・冷却装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 X 線回折測定には、試料を一定の高温あるいは低温に保ちながら、または任意の速度で温度を変化させながら試料の回折線の変化等を測定する方法がある。このような X 線回折測定においては、試料を例えば 1500℃～190℃程度の範囲で温度調節する必要があり、このために試料加熱・冷却装置が用いられている。

【0003】 図 4 は従来の試料加熱・冷却装置を示す縦断面図である。同図に示す従来の試料加熱・冷却装置は、装置本体 20 が冷媒収納体 21、加熱体 22 および試料保持体 23 の三部分から形成してあり、それぞれが熱伝導性を有する部材からなり、冷媒収納 21 体と加熱体 22、および加熱体 22 と試料保持体 23 の間をそれぞれ蠟付け等により接合して構成されていた。

【0004】 冷媒収納体 21 の内部は液化した冷媒を収納しておくための中空部 21a が形成してあり、上端開口部からこの中空部 21a 内へ液体窒素、液体ヘリウム等の冷媒が挿入される。上端開口部には蓋 24 が着脱自在となっており、冷媒を挿入後、蓋 24 を取り付けて上端開口部を閉塞する。この蓋 24 には、冷媒の気化による中空部 21a 内の圧力増加を回避するため、気化した冷媒を放出する孔 24a が穿設してある。加熱体 22 の周囲にはヒータ線 25 が巻回してあり、このヒータ線 2

2

5 が発した熱を加熱体 22 を介して試料保持体 23 へ伝達する構造となっていた。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 上述した従来の試料加熱・冷却装置は、熱を伝導する装置本体 20 が、冷媒収納体 21、加熱体 22 および試料保持体 23 の三部材を接合して形成してあったので、特に各部材の接合面で熱の伝導効率が低下し、さらに接合面等が存在した場合には熱伝導が不均一となる問題があった。また、冷媒収納体 21 内に冷媒を貯留しておくだけの構成では、冷媒に流動性がなく、よって熱交換効率が悪かった。一方、加熱体 22 の周囲に巻回したヒータ線 25 からの熱は、加熱体 22 の表面近くがもっとも迅速に昇温し、中心に近づくほど温度上昇が緩やかとなるので、試料保持体 23 への熱伝導が不均一となる問題があった。

【0006】 この発明は上述のような問題に鑑みてなされたもので、効率よくしかも均一に試料の加熱または冷却を行うことのできる X 線回折測定のための試料加熱・冷却装置の提供を目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】 上記目的を達成するためにこの発明は、耐熱性を有しかつ熱伝導率の高い単一部材からなる装置本体と、この装置本体の軸方向一端面に設けた試料保持部と、装置本体の内部で長尺に延在して形成した冷媒流通路と、装置本体の内部で試料保持部と冷媒流通路とに挟まれた部位に埋設した加熱手段と、装置本体の内部で試料保持部の近傍位置に設けた温度検出手段とを備えたことを特徴とする。

【0008】 またこの発明は、上記装置本体を横断面円形に形成するとともに、加熱手段をヒータ線によって形成し装置本体の外周近傍から中心部にかけて螺旋状に埋設するとともに、上記冷媒流通路も装置本体の外周近傍から中心部にかけて螺旋状に形成してもよい。さらに上記冷媒流通路は、冷媒供給口近くに比べ少なくとも冷媒排出口近くの断面積を広く形成してもよい。

【0009】

【作用】 上述した構成の発明は、熱伝導を行う装置本体を単一部材で構成し、この装置本体に冷媒流通路、加熱手段および試料保持部を設けたので、均一かつ速やかに熱が伝導する。また、冷媒流通路内に冷媒を流動させることで効率的な熱交換ができ、しかも冷媒流通路に接する装置本体壁面の表面積が広がるため、一層効率的に熱交換が行われる。特に、装置本体を断面円形に形成するとともに、冷媒流通路を装置本体の外周近傍から中心近くにかけて螺旋状に形成すれば、装置本体の横断面全体にわたって冷媒流通路を一様に延在させることができるので、装置本体の横断面に対し一様な熱交換を行うことができる。

【0010】 さらに、冷媒流通路の断面積を、冷媒供給口近くに比べ少なくとも冷媒排出口近くが広がるよう

に形成すれば、吸熱して気化した冷媒が増える冷媒排出口近くの単位容積を増加することになるので、冷媒流通路内の圧力上昇を回避することができる。なお、冷媒の気化は冷媒流通路を進むにしたがって徐々に増加していくので、好ましくはこのような吸熱して気化する冷媒の増加に対応し、冷媒供給口から冷媒排出口に向かって徐々に冷媒流通路の断面積を広くしていく構成がよい。

【0011】さらにまた、加熱手段は装置本体の内部に埋設してあるので、中心部と表面近くとで温度分布を均一化することができ、特に装置本体を断面円形に形成するとともに、ヒータ線を外周近傍から中心近くにかけて螺旋状に埋設して加熱手段とした場合には、試料保持部全体を高い精度で一様に温度上昇させることができる。

【0012】

【実施例】以下、この発明の一実施例について図面を参照して詳細に説明する。図1はこの発明の実施例に係る試料加熱・冷却装置の縦断面図、図2は図1のA-A線断面図、図3は同装置の正面図である。これらの図面において、1は装置本体であり、耐熱性を有しかつ熱伝導率の高い単一部材で形成してある。ここで、耐熱性については、少なくともこの試料加熱・冷却装置が目標とする試料の最大加熱温度以上の耐熱性を必要とする。熱伝導率については特に条件はないが、耐熱性、装置として必要となる強度、加工性、材料コスト等を考慮しつつ、より熱伝導率の高い部材が好ましい。例えば、1500℃～190℃の範囲での試料の温度調節を目標とする場合には、セラミックを装置本体1の材料として使用することができる。

【0013】装置本体1は横断面が円形に形成してあり、軸方向の一端面に試料保持部2が設けてある。この試料保持部2を設けた一端面は横断面とほぼ平行、すなわち軸にほぼ直交している。試料保持部2は、試料Sを充填した試料ホルダ3をこの装置本体1の一端面に密接させる構造、例えば弾力性のある保持片4により試料Sを同端面に圧接保持する構造となっている（図1、図3参照）。

【0014】また装置本体1の内部には、他端面から軸方向に任意の深さで冷媒流通路5が形成してある。この冷媒流通路5は図2に示すように装置本体1の外周近傍から中心部にかけて螺旋状に形成してある。そして、冷媒流通路5を形成した装置本体1の端面には、閉塞板6が鉗付け等によって接合してあり、この閉塞板6により冷媒流通路5は閉塞した状態となっている。

【0015】冷媒流通路5の一方の端部（図では外周近傍の端部）近くには冷媒供給口7が設けてあり、この冷媒供給口7に図示しない冷媒供給源と連通する供給管8が接続してある。また、他方の端部（図では中心部にある端部）近くには冷媒排出口9が設けてあり、この冷媒排出口9に接続した排出管10を介して冷媒流通路5を流れてきた冷媒を排出する。

【0016】冷媒流通路5は、冷媒供給口7から冷媒排出口9に向かって徐々に断面積を広くしてある。この実施例では、図2に示すように幅を広げていくことにより冷媒流通路5の断面積を広げている。換言すると、冷媒流通路5の単位長さ当りの容積を冷媒排出口9に近づくにしたがって大きくしてある。なお、冷媒排出口9も冷媒供給口7に比べ大径に形成してあり、一部気化して膨張した冷媒を滞ることなく排出できるようになっている。

【0017】装置本体1に冷媒流通路5を形成するには、例えば、断面円形状のブロックをまず製作し、機械加工によって同ブロックの端面に冷媒流通路5となる任意深さの溝を螺旋状に切削すればよい。また、 casting により装置本体1を製作する場合には、冷媒流通路5を備えた装置本体1をそのまま製作することができる。

【0018】装置本体1の内部で、試料保持部2と冷媒流通路5とに挟まれた部位には、加熱手段としてのヒータ線11が埋設してある。ヒータ線11としては、例えば白金線、ニクロム線、モリブデン線が使用できる。なお、装置本体1が金属材料で形成されている場合には、短絡防止のためヒータ線11の周囲を絶縁する必要がある。ヒータ線11を装置本体1から絶縁するには、例えばヒータ線11を碍子管で被覆すればよい。ヒータ線11は、装置の外部に設けた電源から電圧を印加される。

【0019】ヒータ線11は、装置本体1の外周近傍から中心部にかけて螺旋状に埋設してある。また、装置本体1の内部で試料保持部2の近傍には、温度検出手段としての熱電対12が埋設してある。これらヒータ線11および熱電対12を装置本体1内に埋設するには、例えば casting により装置本体1を形成する場合は、ヒータ線11を螺旋状に配置した金型内に溶湯を注湯すればよい。

【0020】次に、上述した試料加熱・冷却装置の作用を説明する。この試料加熱・冷却装置はX線回折装置の試料台上に装着して、X線回折測定の間、試料Sを所定の温度に加熱あるいは冷却し、または任意の速度で試料温度を変化させる機能を有している。

【0021】まず、試料Sを試料ホルダ3に充填して試料保持部2に装着する。次いで、試料Sを冷却する場合には、図示しない冷媒供給源から供給管8および冷媒供給口7を通して、冷媒流通路5内に冷媒を供給する。冷媒としては、例えば液化窒素や液化ヘリウムが使用できる。冷媒流通路5内に供給された冷媒は、同通路5内を流動し冷媒排出口9から排出される。この間に装置本体1の熱を吸収していく。ここで、冷媒は冷媒流通路5に接する装置本体1の壁面（冷媒流通路の内壁）から熱を吸収するが、冷媒流通路5が装置本体1内で長尺に延在するので、該壁面の表面積が広く、したがって効率的に熱を吸収することができる。

【0022】また、断面円形の装置本体1に対し冷媒流通路5を外周近傍から中心部にかけて螺旋状に形成して

あるので、装置本体1の横断面全体にわたり一様に吸熱することができる。このようにして吸熱された装置本体1が、試料保持部2に装着してある試料Sから熱をうばい、その結果、試料Sの温度が低下する。ここで、吸熱により昇温した冷媒は、一部が液化して膨張する。この膨張度合は、冷媒流通路5を流動した距離にしたがって大きくなる。そこで冷媒流通路5は、この冷媒の膨張に対応して単位長さ当りの容積を徐々に増やしており、したがって冷媒流通路5内の圧力上昇を抑制することができる。

【0023】一方、試料Sを加熱するには、図示しない電源からヒータ線11に電圧を印加し、ヒータ線11を発熱させる。ヒータ線11の熱は装置本体1を介して試料Sに伝わり試料Sを昇温する。ヒータ線11は、断面円形の装置本体1内に外周近傍から中心部にかけて螺旋状に埋設してあるので、装置本体1の横断面を一様に加熱することができる。したがって、試料保持部2に保持された試料Sは、全体にわたり一様に熱を受け、均一に昇温していく。

【0024】試料Sの温度は熱電対12によって検出され、冷却の場合にはあらかじめ設定した所定の温度に試料Sが達したとき、冷媒の供給量を減少するかまたは供給を停止して、試料Sを設定温度に保つようにする。一方、加熱の場合には、試料Sが設定温度に達したときヒータ線11へ印加する電圧値を下げるかまたは電圧の印加を停止して、試料Sを設定温度に保つようにする。また、試料Sの冷却に際してヒータ線11を適宜発熱させ、一方、試料Sの加熱に際しては冷媒流通路5に冷媒を適宜供給することにより試料Sの温度調節を行ってもよい。任意の速度で試料温度を変化させる場合には、特にこのような方法で温度調節をした方が微調整が容易である。

【0025】上述した試料加熱・冷却装置で、装置本体1は冷媒流通路5およびヒータ線11と試料保持部2との間の熱伝導媒体として機能している。本実施例では、この装置本体1が単一部材で形成してあり、上記各部5, 11, 2の間に継目がないので、むらなく均一に熱*

*を伝導することができる。

【0026】なお、本発明は上述した実施例に限定されるものではない。例えば、試料保持部はX線回折装置に適用されている公知の試料保持手段を取り入れて試料を保持する構成とすればよい。ただし、その場合にも試料と装置本体との間で熱の伝導が可能でなければならない。

【0027】また冷媒流通路は、図2に示したような一方向の螺旋状に限らず、二つの螺旋状通路を組合せ、装置本体の中央部で折り返して再び外周近傍まで冷媒を導くような経路に形成してもよい。また、螺旋状以外の構成、例えば矩形断面の装置本体にジグザグ状に折り返す経路で形成してもよい。加熱手段としては、目標とする温度に試料を加熱できるものであれば、ヒータ線に限らず、パネル状のヒータ等、装置本体内に埋設できる種々の加熱手段を適用することができる。温度検出手段としては、熱電対以外の各種温度センサを適用することができる。

【0028】

【発明の効果】以上説明したようにこの発明によれば、試料保持部に保持して試料を、単一部材からなる装置本体に形成した冷媒流通路を流動する冷媒と、同じく装置本体内に埋設した加熱手段により効率よくしかも均一に加熱または冷却して、所望の温度に調節できるという効果がある。

【図面の簡単な説明】

【図1】この発明の実施例に係る試料加熱・冷却装置の縦断面図である。

【図2】図1のA-A線断面図である。

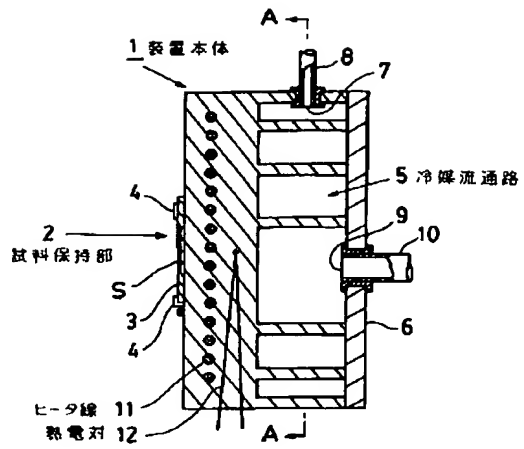
【図3】同装置の正面図である。

【図4】従来の試料加熱・冷却装置の縦断面図である。

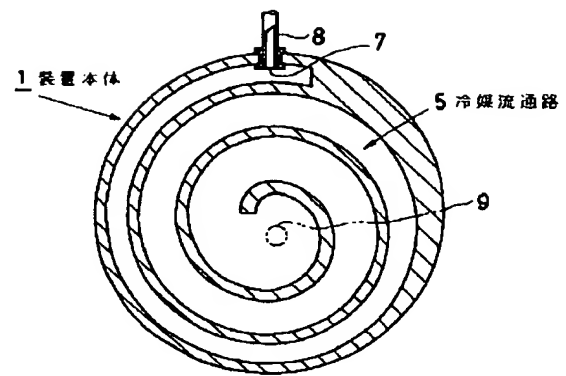
【符号の説明】

1：装置本体	2：試料保持部
3：試料ホルダ	5：冷媒流通路
6：閉塞板	7：冷媒供給口
9：冷媒排出口	11：ヒータ線
12：熱電対	

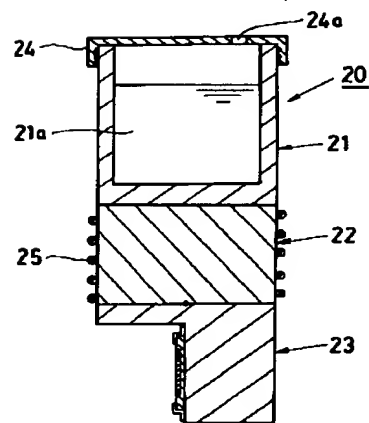
【図 1】



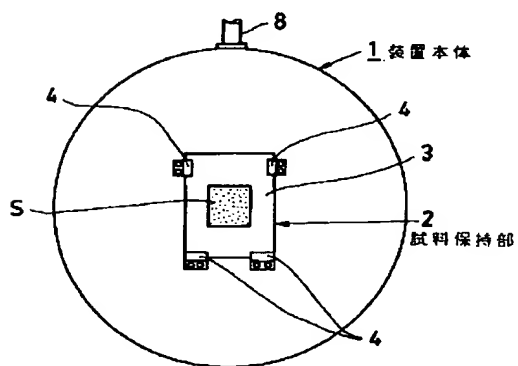
【図 2】



【図 4】



【図 3】



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.